

PAT-NO: JP411153556A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 11153556 A

TITLE: THIN-FILM MEASURING DEVICE

PUBN-DATE: June 8, 1999

INVENTOR-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
KAWANAKA, HIROYUKI	N/A

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
VICTOR CO OF JAPAN LTD	N/A

APPL-NO: JP09333526

APPL-DATE: November 18, 1997

INT-CL (IPC): G01N025/16

ABSTRACT:

PROBLEM TO BE SOLVED: To efficiently measure and evaluate the thermal expansion coefficient or Young's modulus of a thin film with fewer man-hours by an inexpensive device.

SOLUTION: A thin film to be measured is formed on the upper or lower surface of a plurality of substrates with different thermal expansion coefficients and at the same time known Young's modulus and Poisson ratio while being sufficiently thinner than the substrate, and a plurality of samples 16 to be measured are prepared. The sample 16 is accommodated in a sample rest 12 and at the same time is covered with oil 18. Then, when the sample 16 is heated by a heater 14, shape change is measured by a feeler 22 of a surface displacement meter. Temperature is measured by a thermocouple 20. The measurement results are supplied to a computer 24 for calculating and evaluating the thermal expansion coefficient or Young's modulus.

COPYRIGHT: (C)1999,JPO

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平11-153556

(43)公開日 平成11年(1999)6月8日

(51)Int.Cl.<sup>6</sup>  
G 0 1 N 25/16

識別記号

F I  
G 0 1 N 25/16

Z

審査請求 未請求 請求項の数4 F D (全 5 頁)

(21)出願番号 特願平9-333526

(22)出願日 平成9年(1997)11月18日

(71)出願人 000004329

日本ビクター株式会社  
神奈川県横浜市神奈川区守屋町3丁目12番  
地

(72)発明者 川中 博之

神奈川県横浜市神奈川区守屋町3丁目12番  
地 日本ビクター株式会社内

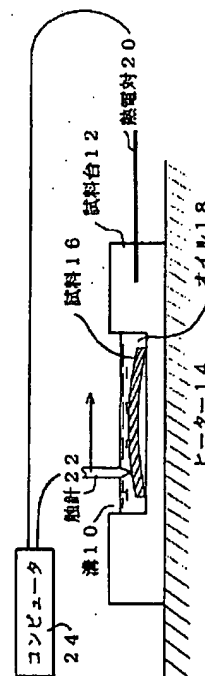
(74)代理人 弁理士 梶原 康稔

(54)【発明の名称】 薄膜測定装置

(57)【要約】

【課題】 安価な装置で、薄膜の熱膨張係数やヤング率を少ない工数で効率よく測定し評価する。

【解決手段】 熱膨張係数が異なるとともに、ヤング率及びポアソン比が既知である複数の基板の上面あるいは下面に、基板より十分に薄く測定対象の薄膜を形成し、複数の測定対象試料16を作製する。試料16は、試料台12に収納されるとともに、オイル18で包まれる。そして、ヒータ14で試料16を加熱したときの形状変化が表面変位計の触針22で測定される。温度は、熱電対20で測定される。これらの測定結果は、コンピュータ24に供給され、ここで熱膨張係数やヤング率が演算評価される。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 熱膨張係数が異なるとともに、ヤング率及びポアソン比が既知である複数の基板の表面に測定対象の薄膜がそれぞれ形成された試料を加熱する加熱手段；前記試料の温度を測定する温度測定手段；前記加熱手段による加熱時における前記試料の形状変化を測定する変位測定手段；前記温度測定手段及び変位測定手段による測定結果に基づいて、前記測定対象の薄膜の熱的特性もしくは弾性的特性を演算する演算手段；を備えたことを特徴とする薄膜測定装置。

【請求項2】 前記試料の全体を液体で囲むことを特徴とする請求項1記載の薄膜測定装置。

【請求項3】 前記変位測定手段は触針式の表面変位計であることを特徴とする請求項1又は2記載の薄膜測定装置。

【請求項4】 前記演算手段は、温度変化に伴う応力変化の割合に基づいて演算を行うことを特徴とする請求項1, 2, 又は3のいずれかに記載の薄膜測定装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】この発明は、薄膜材料の熱膨張係数などの熱的特性やヤング率などの弾性的特性を測定する薄膜測定装置に関するものである。

## 【0002】

【背景技術と発明が解決しようとする課題】近年、電子デバイスの小型化が急速に促進され、その製造技術も飛躍的に向上しつつある。素子の小型化のためのもっとも有効な手段として、スパッタ、真空蒸着、CVD (Chemical Vapour Deposition 化学蒸着法) などの薄膜化技術が利用されており、これらの技術の発展に伴って薄膜の評価技術の必要性が高まっている。

【0003】最近の傾向として、薄膜磁気ヘッドやマイクロマシンといった分野において、数十 $\mu\text{m}$ に及ぶ厚膜が利用され始めてきている。このような場合、積層された厚膜と基板、あるいは膜と膜の界面に応力が蓄積されやすくなる。更に、これら薄膜デバイス作製の行程中には、必ずといってよいほど熱処理の行程が含まれるが、このときに加える熱と、基板及び各積層膜の熱膨張係数の違いにより、素子内部の応力状態が過剰に変化してしまう。これらは、薄膜デバイスを製造する上で膜剥離の原因や、素子特性の劣化の原因となることが多い。

【0004】一方、薄膜の熱膨張係数は、同じ材料のバルク材と比べて成膜方法や成膜条件により大きく変動する可能性がある。また、成膜後の熱履歴により膜の状態は刻々と変化し、単純にバルク材における熱挙動から類推することは難しい。

【0005】上述した加熱時の膜の熱挙動を予測するためには、膜の熱膨張係数を知っておくことが不可欠である。更に、素子内の応力状態を知るためには、膜のヤング率などの弾性的な特性も把握しておくことが好都合であ

る。更に、少ない工数で効率よく測定ができると更に都合がよい。測定装置は、操作が簡便で製作も安価であることが好ましい。

【0006】この発明は、以上の点に着目したもので、その目的は、薄膜の熱膨張係数などの熱的特性やヤング率などの弾性的特性を良好に測定することである。他の目的は、簡便に熱膨張係数やヤング率を測定することである。

## 【0007】

10 【課題を解決するための手段】前記目的を達成するため、この発明は、熱膨張係数が異なるとともに、ヤング率及びポアソン比が既知である複数の基板の表面に測定対象の薄膜がそれぞれ形成された試料を加熱する加熱手段；前記試料の温度を測定する温度測定手段；前記加熱手段による加熱時における前記試料の形状変化を測定する変位測定手段；前記温度測定手段及び変位測定手段による測定結果に基づいて、前記測定対象の薄膜の熱的特性もしくは弾性的特性を演算する演算手段；を備えたことを特徴とする。

20 【0008】主要な形態の一つによれば、前記試料の全体が液体で囲まれる。他の形態によれば、前記変位測定手段は触針式の表面変位計で構成される。更に他の形態によれば、前記演算手段は、温度変化に伴う応力変化の割合に基づいて演算を行う。

【0009】この発明の前記及び他の目的、特徴、利点は、以下の詳細な説明及び添付図面から明瞭になろう。

## 【0010】

【発明の実施の形態】以下、本発明の一実施形態について詳細に説明する。図1には、本形態における測定装置の構成が示されている。同図において、縦20mm×横30mm×深さ4mmの溝10を施した銅製の試料台12は、抵抗加熱式ヒータ14の上部に固定されている。前記溝10の内部には、溝サイズより小さめの試料16が置かれており、試料16全体がシリコン油18に浸されている。試料台12の側方には、熱電対20が埋め込まれている。また、試料台12の上部には、触針式の表面変位計22が設けられている。熱電対20と表面変位計22の出力側は、コンピュータ24に接続されている。

【0011】試料16全体をシリコン油に浸すのは、試料16の上部と下部との温度差をなくすためである。これによって、試料上下の温度差に起因する基板自体の変形をなくすことができる。試料台12の側方から埋め込まれた熱電対20は、試料温度を測定するためのものである。試料16の変形は、触針式の表面変形計（図示せず）の触針22によって測定する。測定結果はコンピュータ24に入力され、ここで以下に述べる数式に従って熱膨張係数などの演算が行われる。

【0012】例えば、試料16の温度を室温から150℃まで変化させる。そして、ある温度間隔、例えば20℃の間隔で、試料16の形状変化を測定する。具体的に

は、試料温度が20℃のとき、触針式の表面変形計の触針を試料の左から右まで移動させ、試料16の形状変化を測定する。次に、試料温度を40度までヒータ14で試料台12を加熱し、試料温度が40度のとき、前記のように試料16の形状変化を測定する。このような測定処理を、試料温度が150℃になるまで、20℃毎に繰り返す。次に、測定試料対象を変えて、前記の測定プロセスを繰り返す。

【0013】図2は、この測定装置を用いて、加熱温度に対する試料16の反りの変化を測定した一例である。この例では、熱膨張係数 $\alpha$ の異なる2種類の基板を用いている。

(1) ガラス基板；

直径 $\phi = 15\text{mm}$ ,

厚み $t = 0.65\text{mm}$ ,

熱膨張係数 $\alpha = 120 \times 10^{-7}/^\circ\text{C}$ ,

ヤング率 $E = 5.59 \times 10^{11}\text{dyn/cm}^2$ ,

$$\sigma = E(\alpha_f - \alpha_s) \Delta T$$

$$E = E_f / (1 - \nu_f)$$

ここで、

$E_f$ : 膜のヤング率、

$\nu_f$ : 膜のポアソン比、

$\alpha_f$ : 膜の熱膨張係数、

$\alpha_s$ : 基板の熱膨張係数、

$\Delta T$ : 温度変化

\*

\* ポアソン比 $= 0.29$

【0014】(2) 石英基板；

直径 $\phi = 15\text{mm}$ ,

厚み $t = 0.5\text{mm}$ ,

熱膨張係数 $\alpha = 5 \times 10^{-7}/^\circ\text{C}$ ,

ヤング率 $E = 7.27 \times 10^{11}\text{dyn/cm}^2$ ,

ポアソン比 $= 0.17$

【0015】これら2種の基板の上に、熱膨張係数の測定対象となる膜厚 $8.7\mu\text{m}$ の複合酸化物膜を同一ロット内で同時に成膜し、2試料を作製する。これら2つの試料16を前記測定装置で加熱し、温度変化による形状変化を測定した。図2には、その測定結果が示されており、グラフG1はガラス基板の場合、グラフG2は石英基板の場合である。

【0016】次に、試料上に形成した薄膜の熱膨張係数や弾性率の評価手法について説明する。基板上に膜がある場合の熱応力 $\sigma$ は、以下の(1)式で表される。

$$\dots\dots\dots(1)$$

$$\dots\dots\dots(2)$$

20※である。なお、便宜上、(2)式を膜のヤング率として扱う。

【0017】次に、温度変化に伴う応力の変化 $\Delta\sigma$ は、試料16の反り量の変化を測定することによって、以下の(3)式から導かれる。

※

$$\Delta\sigma = (4/3) E_s \cdot \Delta\delta \cdot D^2 / \{ (1 - \nu_s) \cdot d \cdot l^2 \} \dots\dots\dots(3)$$

ここで、

$E_s$ : 基板のヤング率、

$\nu_s$ : 基板のポアソン比、

$D$ : 基板の厚み、

$d$ : 膜の厚み、

$l$ : 測定長、

$\delta$ : 反り量 (測定長 $l$ の midpoint における変位量)

★

$$\Delta\sigma_1 / \Delta T = E(\alpha_f - \alpha_{s1}) = C_1$$

$$\Delta\sigma_2 / \Delta T = E(\alpha_f - \alpha_{s2}) = C_2$$

$$\dots\dots\dots(4)$$

となる。従って、

$$\alpha_f = (C_2 \cdot \alpha_{s1} - C_1 \cdot \alpha_{s2}) / (C_2 - C_1)$$

$$E = (C_2 - C_1) / (\alpha_{s1} - \alpha_{s2})$$

$$\dots\dots\dots(5)$$

となり、膜の $\alpha_f$ と $E$ を求めることができる。なお、これは、熱処理による応力緩和のプロセスを理解する上でも重要なデータとなる。

【0019】図2に示す測定結果の直線の傾きと、前記(3)式から、2試料それぞれについて、温度変化に伴う反りの変化 $\Delta\sigma / \Delta T$ が求められる。更に、これらの2つの値から、前記(4)、(5)式によって膜の熱膨張係数 $\alpha_f$ とヤング率 $E$ が求められる。図2の測定例では、

$\alpha_f = 33 \times 10^{-7}/^\circ\text{C}$ ,

$E = 16.4 \times 10^{11}\text{dyn/cm}^2$

であった。

【0020】このように、本形態によれば、次のような☆50

★である。

【0018】従って、熱膨張係数 $\alpha_s$ の異なる2種の基板を用いて温度に対する反り量の変化を測定することにより、膜の熱膨張係数 $\alpha_f$ 及び $E$  (ヤング率に対応)を求めることができる。すなわち、基板の熱膨張係数を $\alpha_{s1}$ ,  $\alpha_{s2}$ , 各基板における応力変化を $\Delta\sigma_1$ ,  $\Delta\sigma_2$ とすると、前記(1)式より、

30

☆効果がある。

(1) 図1に示すように、測定装置は構成が簡便で製作も容易であり、非常に安価である。

(2) 図2のような測定結果を利用した演算により、少ない工数で効率的に薄膜の熱膨張係数やヤング率を測定することができる。

【0021】次に、図3を参照して、他の測定例について説明する。熱膨張係数の異なる2種類の基板として、上述したガラス基板及び石英基板を用いた。これら2種の基板上に、熱膨張係数の測定対象となる膜厚 $5.02\mu\text{m}$ の $\text{SiO}_2$ 膜を同一ロット内で同時に成膜し、2つの試料を作製する。これら試料を、前後して前記測定装置

で加熱し、温度変化による形状変化を測定した。図3には、その測定結果が示されており、グラフG3はガラス基板の場合、グラフG4は石英基板の場合である。

【0022】同様に、図3のグラフの傾きから、温度変化に伴う反りの変化 $\Delta\sigma/\Delta T$ を各試料毎に求め、それらの2つの値から、膜の熱膨張係数及びヤング率を求めた。図3の例では、

$$\alpha f = 5 \times 10^{-7} / ^\circ\text{C},$$

$$E = 7.27 \times 10^{11} / \text{cm}^2$$

となった。

【0023】次に、図4を参照して、更に他の測定例について説明する。熱膨張係数の異なる2種類の基板として、上述したガラス基板と、今度はシリコン基板を用いた。シリコン基板の特性は、次の通りである。

直径 $\phi = 15\text{mm}$ ,

厚み $t = 0.384\text{mm}$ ,

熱膨張係数 $\alpha = 28 \times 10^{-7} / ^\circ\text{C}$ ,

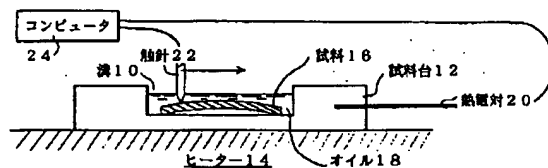
ヤング率 $E = 10.8 \times 10^{11} \text{dyn/cm}^2$ ,

ポアソン比 $= 0.28$

【0024】これら2種の基板上に、熱膨張係数の測定対象となる膜厚 $5.42\mu\text{m}$ の複合酸化物膜を同一ロット内で同時に成膜し、2つの試料を作製する。これら試料を、前後して前記測定装置で加熱し、温度変化による形状変化を測定した。図4には、その測定結果が示されており、グラフG5はガラス基板の場合、グラフG6はシリコン基板の場合である。

【0025】同様に、図4のグラフの傾きから、温度変化に伴う反りの変化 $\Delta\sigma/\Delta T$ を各試料毎に求め、それらの値から膜の熱膨張係数及びヤング率を求めた。

【図1】



この測定では、

$$\alpha f = 21 \times 10^{-7} / ^\circ\text{C},$$

$$E = 7.21 \times 10^{11} / \text{cm}^2$$

となった。

【0026】

【発明の効果】以上説明したように、本発明によれば、熱膨張係数が異なるとともに、ヤング率及びポアソン比が既知である複数の基板の表面に測定対象の薄膜を形成し、これを加熱したときの試料の形状変化を測定して薄膜の熱的特性もしくは弾性的特性を演算することとしたので、次のような効果がある。

(1)測定装置が簡便で製作しやすく、製作費用も非常に安価である。

(2)少ない工数で、薄膜の熱膨張係数やヤング率などの特性を測定することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】この発明の一実施形態の構成を示す図である。

【図2】前記測定装置による測定例を示す図である。

【図3】前記測定装置による測定例を示す図である。

【図4】前記測定装置による測定例を示す図である。

【符号の説明】

10…溝

12…試料台

14…ヒーター

16…試料

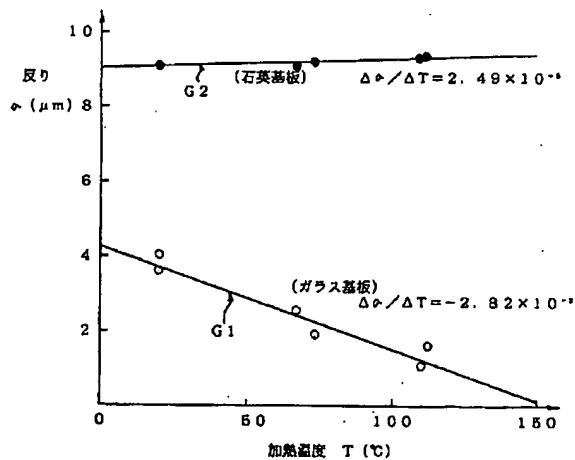
18…オイル

20…熱電対

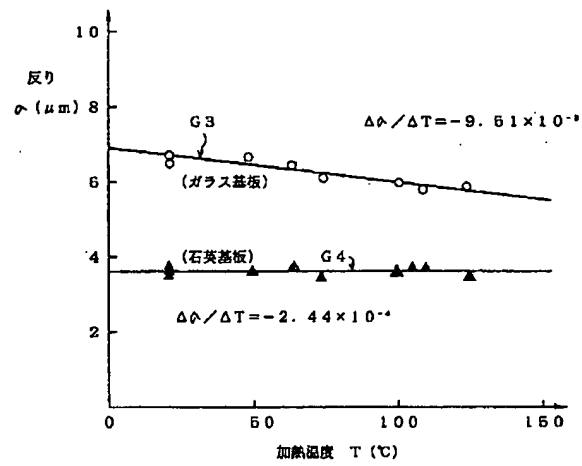
22…触針（表面変位計）

24…コンピュータ

【図2】



【図3】



【図4】

